

9 汚泥肥料の予備乾燥方法の評価

相澤真理子¹, 白井裕治¹, 杉村靖^{1,(2)}, 高橋雄一¹,
大木純^{1,(3)}, 福地幸夫¹, 引地典雄^{1,(4)}

キーワード 汚泥肥料, 予備乾燥, 窒素全量, 炭素全量, 燃焼法, 水分計

1. はじめに

近年, その流通量が増大している¹⁾汚泥肥料は, その原料がし尿汚泥, 下水汚泥など多様であり, たい肥化や乾燥を行い製品化しているものもあるが乾燥工程をもたないものも多く, その品質にばらつきがあり, 比較的水分が高いものが多い。

汚泥肥料は主要な成分の含有量を現物当たりの数値で保証票に記載することが義務づけられている²⁾。また, 公定規格において, 汚泥肥料中の含有を許される有害成分は乾物当たりの量と規定されている³⁾。

肥料分析法においては, 分析用試料の調製法は一部の種類の肥料を除き, 目開き 500 μm の網ふるいを全通するまで粉砕することとなっている⁴⁾。また, 水分の含有量が高く粉砕が困難な肥料については, 風乾試料を粉砕することとしており, 天日乾燥又は低温で十分に乾燥し, さらに室内に一昼夜放置して乾燥状態とすることとされているが, 乾燥の際の温度及び時間の詳細は記されていない。水分以外の成分が変化しないように, なるべく低温又は常温での予備乾燥を行うことが望ましい⁵⁾と考えられるが, 検査結果を迅速に判定することが求められているため, 予備乾燥に必要以上に時間をかけることを避け, ある程度の温度を加える必要がある。製造事業場, 保管施設等で採取した試験品(現物)を予備乾燥及び粉砕することにより, 試料内の均質性が高まり, 分析時における操作も容易となり, 未乾燥品の再発酵等による試験品の含有成分量の変化や腐敗が防止される。しかしながら, 加温により揮発成分の発散や発酵による含有成分量の変化等も懸念される。

このことから, 予備乾燥を実施せずに調製した分析用試料と予備乾燥を含めて調製した分析用試料を用い, 炭素全量及び窒素全量を測定し, 炭素全量の乾物換算値及び現物換算値の比較により, 不揮発成分分析値の乾物及び現物あたりの定量値への換算における予備乾燥の影響を調査した。さらに, 窒素全量の現物換算値の比較により揮発成分の定量に対する予備乾燥の影響を調査し, 予備乾燥の条件を検討したので報告する。

2. 材料及び方法

1) 分析用試料の調製

¹ 独立行政法人農林水産消費安全技術センター肥飼料安全検査部

² 独立行政法人農林水産消費安全技術センター仙台センター

³ 独立行政法人農林水産消費安全技術センター消費安全情報部

⁴ (現)農林水産省消費・安全局農産安全管理課

予備乾燥の温度及び時間の条件には、40℃で 60~70 時間(条件 L とする)、65℃で 5~24 時間(条件 H とする)の 2 条件を設定した。同銘柄肥料の試験品について、各条件で予備乾燥した試料と未乾燥の試料を準備し、それぞれを粉砕して分析用試料とした。

なお、以下の試験報告では、条件 L 及び条件 H にて予備乾燥・粉砕し調製した分析用試料をそれぞれ試料 L 及び試料 H、乾燥を行わずに粉砕し調製した分析用試料を試料 W と記すこととする。

(1) 装置及び器具

秤量容器:ポリプロピレン製, フィラー入ディスプレイ(300 mm×210 mm×37 mm)

定温乾燥器:ヤマト科学製 DF62

超遠心粉砕機:Retsch 製 ZM100, Retsch 製 ZM1

ミキサー:Oster 製 Blender

ふるい:JIS Z 8801⁶⁾に規定されている目開き 500 μm 及び 1 mm の網ふるい

(2) 試験品の採取及び保管

汚泥発酵肥料 22 点, し尿汚泥肥料 10 点, 及び工業汚泥肥料 2 点(計 34 点)を試験品として分析に供した。試験品は 2~3 kg を採取し、ビニール袋に入れて密封し、分析用試料の調製時まで冷暗所で保存した。

(3) 予備乾燥及びその乾燥減量の測定

よく混合した試験品 0.3~0.5 kg を予め質量を 0.1 g の桁まで測定した秤量容器に拡げ、0.1 g の桁まで測定した。定温乾燥器を用いて条件 L 又は条件 H で予備乾燥させ、放冷して室温に戻した後、0.1 g の桁までその質量を測定した。

(4) 粉砕

条件 L 及び条件 H で予備乾燥を行った試料は、目開き 500 μm の網ふるいを全通するまで超遠心粉砕機で粉砕し、よく混合して分析用試料を調製した。乾燥を行わなかった試験品はミキサーで粉砕した後 1 mm の網ふるいを通し、網ふるい上の試料を目開き 1 mm の網ふるいを全通するまで超遠心粉砕機で粉砕し、網ふるい下の試料と均一に混合して分析用試料を調製した。

2) 分析試料中の測定

(1) 装置及び器具

加熱乾燥式水分計: METTLER TOREDO 製 HG53

燃焼法全炭素全窒素測定装置:住化分析センター製 SUMIGRAPH NC-220F

(2) 加熱乾燥式水分計による乾燥減量の測定⁷⁾

分析試料約 5 g をひょう量皿にとり、厚さが 10 mm 以下になるように拡げ、0.001 g の桁まで質量を測定した。100℃で加熱して乾燥し、継続的に重量をモニターし、加熱終了のパラメーター(単位時間の重量損失)により乾燥終了させ、0.001 g の桁までその質量を測定した。

(3) 燃焼法全炭素全窒素測定装置による炭素全量及び窒素全量の測定⁸⁾

DL-アスパラギン酸標準品(純度 99.0%以上)を用い、以下の条件で炭素全量及び窒素全量を測定して関係線を作成した後、分析試料 0.2~0.5 g を量り、同様に分析試料中の炭素全量及び窒素全量を測定した。

表 1 燃焼法全炭素全窒素測定装置の測定条件

燃焼ガス	高純度酸素, 純度 99.99995%以上, 流量 200 mL/min
キャリアガス	高純度ヘリウム, 純度 99.9999%以上, 流量 80 mL/min
分離カラム	シリカゲル系ステンレスカラム
検出部	熱伝導度検出器 (TCD)
測定サイクル	ページ時間 60 秒, 循環燃焼時間 300 秒, 計測時間 180 秒
温度条件	反応炉: 870°C, 還元炉温度: 600°C, カラム槽温度: 70°C, 検出器温度: 100°C

3) 現物及び乾物中の定量値の算出

(1) 測定値の現物当たり含有量への換算

1) (3)で得られた測定値から(a)式より, 現物換算係数を算出した. 試料 L 及び試料 H 中の炭素全量及び窒素全量測定値に現物換算係数を乗じて試験品(現物)中の窒素全量及び炭素全量の定量値を算出した.

$$\text{現物換算係数} = \text{予備乾燥後の質量} / \text{予備乾燥前の質量} \quad \dots (a)$$

(2) 測定値の乾物当たり含有量への換算

2) (2)で得られた測定値から(b)式より, 乾物換算係数を算出した. 試料 L, 試料 H 及び試料 W の炭素全量測定値に乾物換算係数を乗じて試験品(乾物)中の炭素全量の定量値を算出した.

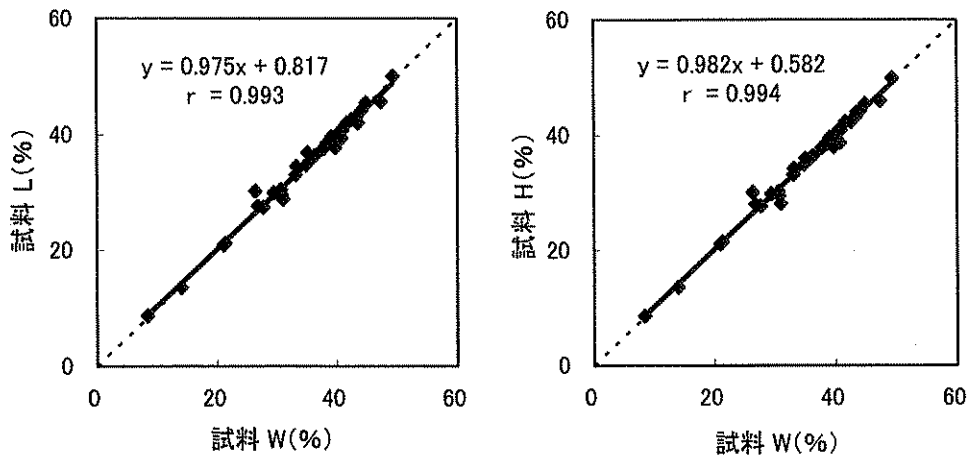
$$\text{乾物換算係数} = \text{乾燥前の質量} / \text{乾燥後の質量} \quad \dots (b)$$

3. 結果及び考察

1) 炭素全量の乾物及び現物換算値の比較

試料 W に対する試料 L 及び H の乾物中の炭素全量の定量値の関係を図 1(a), (b)に示した. 試料 W の炭素全量乾物換算値に対する試料 L 及び試料 H の炭素全量乾物換算値の一次回帰式の回帰係数は 0.975 及び 0.982 であり, 切片は 0.817 及び 0.582 であった. その相関係数(r)は 0.993 及び 0.994 で, これらの定量値に高い相関が認められた. このことから, 条件 L 又は条件 H のいずれの予備乾燥を実施しても, 不揮発成分の試験品(乾物)中の定量値へ影響を及ぼさないと考えられる.

また, 試料 W に対する試料 L 及び試料 H の試験品(現物)中における炭素全量の比較を図 2(a), (b)に示した. 試料 W の炭素全量現物換算値に対する試料 L 及び試料 H の炭素全量現物換算値の一次回帰式の回帰係数は 0.986 及び 0.981 で, 切片は -0.170 及び 0.209 であった. その相関係数(r)は 0.995 及び 0.996 で, これらの定量値に高い相関が認められた. このことから, 条件 L 又は条件 H のいずれの予備乾燥を実施しても, 不揮発成分の試験品(現物)中の定量値へ影響を及ぼさないと考えられる.

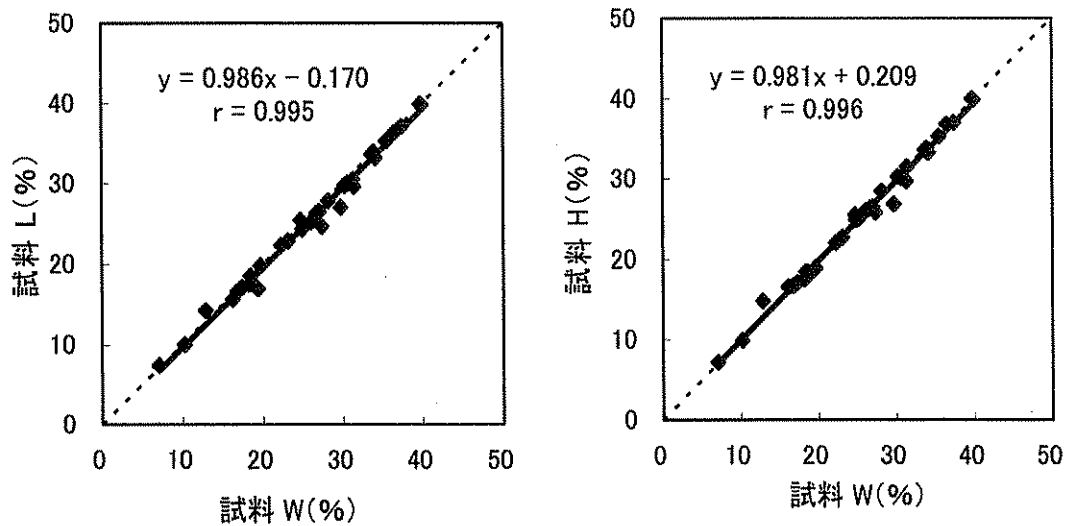


(a) 試料 L と試料 W の比較

(b) 試料 H と試料 W の比較

図1 炭素全量乾物換算値の比較

※注 試料 L: 40°Cで 60~70 時間(条件 L) 予備乾燥後調製した分析用試料
 試料 H: 65°Cで 5~24 時間(条件 H) 予備乾燥後調製した分析用試料
 試料 W: 予備乾燥を行わずに調製した分析用試料



(a) 試料 L と試料 W の比較

(b) 試料 H と試料 W の比較

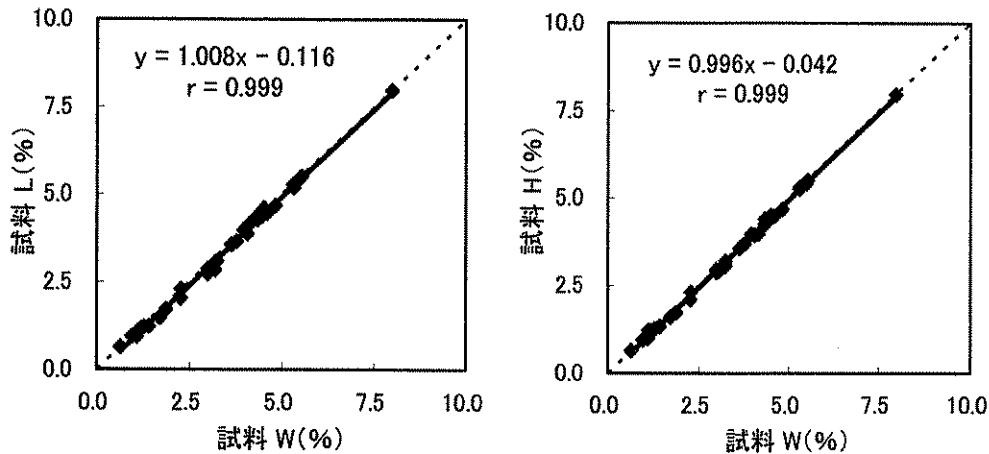
図2 炭素全量現物換算値の比較

※注 試料 L, 試料 H, 試料 W の内容は図1を参照

2) 窒素全量の現物換算値との比較

試料 W に対する試料 L 及び H の試験品(現物)中における窒素全量の比較を図3(a), (b)に示した. 試料 W の窒素全量現物換算値に対する試料 L 及び試料 H の窒素全量現物換算値の一次回帰式の回帰係

数は 1.008 及び 0.996, 切片は -0.116 及び -0.042 であった. その相関係数 (r) は 0.999 及び 0.999 で, これらの定量値に高い相関が認められた. このことから, 条件 L 又は条件 H のいずれの予備乾燥を実施しても, 揮発成分の試験品 (現物) 中の定量値へ影響を及ぼさないと考えられる.



(a) 試料 L と試料 W の比較

(b) 試料 H と試料 W の比較

図 3 窒素全量現物換算値の比較

※注 試料 L, 試料 H, 試料 W の内容は図 1 を参照

4. まとめ

40°C で 60~70 時間及び 65°C で 5~24 時間の 2 条件の予備乾燥方法について, 不揮発物質の指標として汚泥肥料中の炭素全量の定量値への影響を調査したところ, いずれの条件の乾燥を実施しても試験品 (現物) 中及び乾物中の炭素全量の定量値は, 乾燥を行わずに調製した分析用試料の定量値と高い相関関係があった. また, 揮発物質の指標として汚泥肥料中の窒素全量について同様の調査を実施したところ, いずれの条件の乾燥を実施しても試験品 (現物) 中の窒素全量の定量値は, 乾燥を行わずに調製した分析用試料の定量値と高い相関関係があった.

これらの結果, 本予備乾燥方法は汚泥肥料の予備乾燥に十分に適用できることが確認された. このことから, 2007 年度肥料等技術検討会の審議を受け, 本予備乾燥方法は肥料等試験法 (2008) に収載された⁹⁾.

文 献

- 1) 農林水産省消費・安全局農産安全管理課: ポケット肥料要覧-2007-, p.7~9, 農林統計協会, 東京 (2008)
- 2) 農林水産省告示: 肥料取締法第十七条第一項第三号の規定に基づき, 肥料取締法第四条第一項第三号に掲げる普通肥料の保証票にその含有量を記載する主要な成分を定める件, 平成 12 年 1 月 27 日, 農林水産省告示第 96 号 (2000)
- 3) 農林水産省告示: 肥料取締法に基づき普通肥料の公定規格を定める等の件: 改正平成 12 年 8 月 31

日, 農林水産省告示第 1161 号 (2000)

- 4) 農林水産省農業環境技術研究所:肥料分析法, p. 5~6, 財団法人日本肥糧検定協会, 東京(1992)
- 5) 越野正義:第二改訂詳解肥料分析法, p. 17~19, 養賢堂, 東京 (2005)
- 6) JIS Z 8808-1, 試験用ふるい 第 1 部:金属製ふるい (2000)
- 7) 内山 丈, 酒瀬川智代:汚泥肥料中の水分測定 ー加熱乾燥型水分計の適用ー, 肥料研究報告, **1**, 1~5 (2008)
- 8) 相澤真理子, 杉村靖, 高橋雄一, 大木純, 福地幸夫, 白井裕治, 引地典雄:燃焼法による汚泥肥料中の窒素全量測定 ー燃焼法全窒素測定装置の適用ー, 肥料研究報告, **1**, 12~17 (2008)
- 9) 農林水産消費安全技術センター(FAMIC):肥料等試験法 (2008)
<http://www.famic.go.jp/ffis/fert/bunseki/sub9_shiken2008.html>

Evaluation of a Pre-drying Procedure to Prepare Test Samples from Sludge Fertilizer

Mariko AIZAWA¹, Yuji SHIRAI¹, Yasushi SUGIMURA^{1, (2)}, Yuichi TAKAHASHI¹, Jun OKI^{1, (3)},
Yukio FUKUCHI¹, and Norio HIKICHI^{1, (4)}

¹ Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fertilizer and Feed Inspection Department

² (Now) Food and Agricultural Materials Inspection Center, Sendai Regional Center

³ (Now) Food and Agricultural Materials Inspection Center, Food Safety and Consumer Affairs Information Department

⁴ (Now) Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries, Food Safety and Consumer Affairs Bureau, Plant Products Safety Division

The sludge fertilizer samples are usually dried and ground before being tested. However, no detailed drying procedures are available in the Analysis of Fertilizers published in December 1992. In this report, the authors evaluated two pre-drying procedures by comparing the total carbon and nitrogen contents obtained from original samples and those obtained from samples pre-dried at high and low temperatures. The pre-drying conditions at 65°C for 5~24 hours and at 40°C for 60~70 hours were used. The samples pre-dried at high and low temperatures and samples that were dried without using these pre-drying procedures were ground to prepare the test samples. Moisture contents in the test samples were measured by a rapid heating method using moisture analyzer. Total carbon and total nitrogen contents in the test samples were measured by a combustion method. The total carbon contents and total nitrogen contents obtained from test samples prepared using the pre-drying procedures at high and low temperatures were compared with those obtained from test samples prepared without using pre-drying procedures. A good correlation was observed between these procedures over the range from approximately 8~50% of total carbon content in pre-dried samples, 7~40% of total carbon content in original samples, and 1~8% total nitrogen contents in original samples. The slopes of regression lines ranged from 0.975~1.008. The correlation coefficients ranged from 0.993~0.999. These results indicated that the pre-drying procedures were valid in preparing test samples.

Key words pre-drying procedure, total nitrogen, total carbon, sludge fertilizer, combustion method, moisture analyzer

(Research Report of Fertilizer, 1, 122~128, 2008)